

铝合金凝固过程枝晶破碎现象的定量化研究*

毕 成¹⁾ 郭志鹏¹⁾ LIOTTI E²⁾ 熊守美¹⁾ GRANT P S²⁾

1) 清华大学材料学院, 北京 100084

2) Department of Materials, University of Oxford, Oxford OX1 3PH, UK

摘 要 利用 X 射线同步辐射影像技术对 Al-15%Cu (质量分数)合金凝固过程的枝晶生长和破碎现象进行了实时观察. 通过加入脉冲电磁场和改变枝晶生长方向获得了大量不同实验条件下的动态影像. 利用 Matlab 软件对实验结果进行定量化分析, 开发了统计测量程序, 统计了枝晶破碎数量随不同实验条件的变化, 测量了枝晶破碎数量沿糊状区深度、糊状区固相率的分布关系. 结果表明, 加入电磁场、逆重力方向生长和生长速度快的枝晶会产生更多的枝晶破碎; 枝晶破碎数量沿着糊状区深度、糊状区固相率呈一定的 Gauss 分布, 且在固相率为 0.45 左右达到峰值. 最后分析了速度场造成的缩颈断裂、重力场造成的溶质富积以及电磁场造成的晶间对流对上述定量化结果的影响程度.

关键词 铝合金, X 射线同步辐射, 凝固, 枝晶破碎, 糊状区, 电磁场

中图法分类号 TG111.4

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(2015)06-0677-08

QUANTIFICATION STUDY ON DENDRITE
FRAGMENTATION IN SOLIDIFICATION
PROCESS OF ALUMINUM ALLOYSBI Cheng¹⁾, GUO Zhipeng¹⁾, LIOTTI E²⁾, XIONG Shoumei¹⁾, GRANT P S²⁾

1) School of Materials Science and Engineering, Tsinghua University, Beijing 100084

2) Department of Materials, University of Oxford, Oxford OX1 3PH, UK

Correspondent: GUO Zhipeng, associate professor, Tel: (010)62789448,

E-mail: zhipeng_guo@tsinghua.edu.cn

Supported by National Natural Science Foundation of China (Nos.51275269 and 51205229)

Manuscript received 2014-09-10, in revised form 2015-03-25

ABSTRACT Alloy solidification is an important process to control the mechanical properties of engineering products. During solidification, dendrite fragmentation occurs commonly as a key phenomenon to determine the microstructure and to obtain fine grain size. Recently, in situ synchrotron X-radiography technique was developed and applied to observe thermodynamic behaviors such as dendrite growth and fragmentation during solidification. External forces such as mechanical and electromagnetic stirring, and thermal shock were added into the solidification process to investigate their effects on the fragmentation behavior. However, most work conducted in literature focused on qualitative aspects *e.g.* morphology transition or solute distribution and quantitative investigation such as determining the specific relationship between fragmentation and solidification conditions was rather limited. In this work, the third generation synchrotron X-radiography technique was used to observe the solidification process of an Al-15%Cu (mass fraction) alloy. Experimental conditions including the strength of the pulsed electromagnetic fields, dendrite growth direction and the temperature gradients were varied and the subsequent effect on fragmentation was studied and quantified. A computer program was developed based on Matlab to perform the image processing and measurement. The fragmentation number according to experiments was counted and correlated to the

*国家自然科学基金项目 51275269 和 51205229 资助

收到初稿日期: 2014-09-10, 收到修改稿日期: 2015-03-25

作者简介: 毕 成, 男, 1988 年生, 博士生

DOI: 10.11900/0412.1961.2014.00501

mushy zone depth and local solid fraction. Results showed that a stronger electromagnetic field, growing against gravity and growing at higher velocity would significantly increase the fragmentation number. Furthermore, the fragmentation number followed a Gauss distribution as a function of either mushy zone depth or local solid fraction, and the maximum fragmentation occurred when the solid fraction was about 0.45. In the end, the extent to which caused those statistic results above were analyzed as the necking process due to the velocity field, the cumulative solid due to the gravity field and the liquid flow due to the electromagnetic field.

KEY WORDS aluminum alloy, X-ray synchrotron radiation, solidification, dendrite fragmentation, mushy zone, electromagnetic field

液态合金的凝固过程决定了合金最终形成的微观组织形貌,对铸件性能起着至关重要的作用.在凝固过程中,伴随着枝晶的生长会出现枝晶臂的断裂漂浮及后续生长等现象,这里将这一系列现象统称为枝晶破碎.合适的枝晶破碎数量能够增加金属凝固过程中的异质形核,从而达到细化晶粒、提高性能的作用.在过去,由于金属凝固过程的高温密闭环境,金属内部发生的一切无法直接观察,为了更好地研究枝晶破碎的形成机理、与外界条件的关系和对凝固后组织的影响等,对金属凝固过程进行实际观测的方法逐渐被发展起来.早从20世纪80年代起就有学者^[1]利用透明有机物来模拟金属的凝固过程进行观察,但由于性质存在差异,该类物质不能完全替代金属;也有学者^[2]利用普通的X射线对金属在平衡条件下的凝固进行观测,但由于分辨率所限,无法观测到晶粒级别.近年来,同步辐射X射线成像技术由于具有高辐射强度、高准直性、高相干性、高光灵敏度等特点,能够满足学者们对凝固过程中枝晶生长破碎等现象进行动态实时观测的需要.该技术经过前两代的发展已进入第三代阶段,在美国、日本、英国、中国等国家均有第三代光源研究实验中心.

基于这项观测技术,学者们展开了一系列对凝固过程的深入研究.在实验观察方面,Mathiesen等^[3-5]研究了Al-30%Cu(质量分数,下同)合金定向凝固过程,通过后期图像处理技术获得了 α 枝晶前沿和凝固糊状区溶质边界层;在Al-20%Cu定向凝固实验中,直接观察到枝晶臂断裂游离至柱状枝晶生长前沿,发生柱状晶向等轴晶转变(CET)现象,并且发现枝晶根部重熔断裂概率依赖于浮力.还有学者^[6-8]原位观察了Al-10%Cu合金凝固过程中枝晶生长的三维演化过程,详细论述了大尺寸枝晶间小枝晶退化和高固相分数下相邻枝晶合并的粗化机制,观察到了单个枝晶实时演化过程.在外力场研究方面,王同敏等^[9]实时观察了电流对枝晶生长形貌演变的动态调控过程,并指出直流电流能够显著抑制枝晶生

长并促使枝晶尖端变平,脉冲电流能够显著细化枝晶臂间距并影响其凝固进程.还有学者^[10-12]观察了在脉冲电磁场下的枝晶破碎现象,标记了破碎枝晶的Z字形移动方式,并对有无电磁场下的枝晶破碎结果进行了统计与对比.在理论分析方面,学者们^[13,14]通过观测实验认为枝晶臂重熔引起的溶质富积是产生枝晶破碎的主要原因.Liu等^[15]通过对二次枝晶臂数量及生长速度的统计,认为是生长时的速度递减引起的溶质富积使得枝晶臂更容易产生缩颈现象,造成断裂.

上述研究中所展示的实验结果往往是特定过程的图像,所做的分析也都是定性的.为了进一步揭示凝固过程中枝晶破碎现象与凝固本身及外界调控因素之间的具体关系,系统的、量化的研究是不可或缺的.本工作以量化研究为出发点,对实验结果进行图像处理与大规模的数据统计,从而得到具有统计意义的分布结果.在此基础上尝试将枝晶破碎、糊状区深度、糊状区固相率、枝晶生长速度等变量之间的关系进行量化.

1 实验方法

1.1 X射线同步辐射实验

X射线同步辐射实验在英国Diamond光源中心B16线站上进行.如图1^[10]所示,实验平台的搭建主要由以下几个部分组成.(1)X射线:功率为18 keV,正对试样直接穿透.(2)合金试样:成分为Al-15%Cu,尺寸约为20 mm×7 mm×0.2 mm,两面抛光,BN喷涂,与上下导线一起密封于石英层内,安装于试样架上,试样架位置可调.(3)加热设备:试样的上下两端分别放置加热设备,温度可由外部控制,冷却速率最高能达到2 °C/s,实际实验中温度曲线稳定后,误差可控制在0.7 °C左右;虽然每个试样的长度不同,但加热设备位置固定,实验的温度梯度也可固定,稳定值设为48 K/mm,通过改变温度梯度方向来改变枝晶生长方向.(4)脉冲电磁场:永久环形磁铁固定于试样前方3 mm处,通过对上下导线通脉冲电流,产生脉冲电磁场,从而产

生 Lorentz 力; 脉冲频率为 1 Hz, 脉冲电流强度为 ± 300 mA, 磁场强度在实验中设为 0.1 和 0.3 T, 试样在电磁场中的有效长度为 10 mm, 根据 Lorentz 力方程, 该脉冲电磁场能产生 ± 0.3 和 ± 0.9 mN 的力; 电流方向、磁场方向、Lorentz 力方向如图 1 中箭头所示, 最终 Lorentz 力在试样平面内垂直于枝晶生长方向来回变换, 对枝晶及晶内液体造成扰动. (5) 摄像系统: 使用 Phantom 7.3 CMOS 高速摄影仪接收经过转换的 X 光源信号, 图像分辨率为 $5.5\text{ }\mu\text{m}/\text{pixel}$, 拍摄范围为 $4.4\text{ mm}\times 3.3\text{ mm}$, 帧数可达 30 fps. (6) 控制系统: 采用 PID 控制, 将温度、电流、位置等控制终端集成于一个面板.

实验开始前升高 2 块加热块温度使试样熔化, 开启 X 射线开始成像. 实验开始后降低其中一块温度, 形成温度梯度, 使试样沿某个方向凝固. 待稳定后开启脉冲电磁场, 录制温度稳定后的凝固动态过程. 根据生长方向与磁场强度的不同将全部实验分为 5 组, 如表 1 所示. 其中生长方向分为从下往上逆重力生长和从上往下沿重力生长 2 种.

1.2 实验结果的量化方法

对实验观测结果进行初步的图像处理得到较为清晰的凝固过程图像序列, 每张图像之间

的时间间隔为 1 s. 利用 Matlab 编程, 对图像中各类信息进行数据提取, 为之后量化分析提供源数据.

每个实验需要量化的参数及测量方法如下. (1) 枝晶破碎数随时间的累积: 对每一帧图像人工定位枝晶破碎发生瞬间的位置, 程序标记并记录其坐标、发生时刻和序号. 人工定位经过前期训练与多人复查, 误差可控制在 5% 左右. 最后得到每一时刻枝晶破碎的标记图与记录数组^[10]. (2) 稳定生长时糊状区的固相率: 将某时刻图像的糊状区分割成若干宽度相等的区域, 图像二值化后测量每个区域白色像素所占比例作为不同深度范围的糊状区的固相率, 如图 2 所示, 对同一区域不同时刻的固相率测量后取平均值作为最终结果. (3) 枝晶破碎时在糊状区内的深度: 测量枝晶破碎瞬间到当前时刻生长最快的枝晶主干尖端的 Y 向距离, 如图 3a 中箭头所示. (4) 枝晶主干的生长速度: 选择 3 个生长过程完整的枝晶主干, 定位不同时刻枝晶尖端位置, 测量若干时间间隔下的晶尖位移^[16], 如图 3b 所示, 箭头表示若干时间间隔后枝晶尖端的位移. 计算单位时间间隔下的位移作为该时刻的生长速度^[17], 取平均

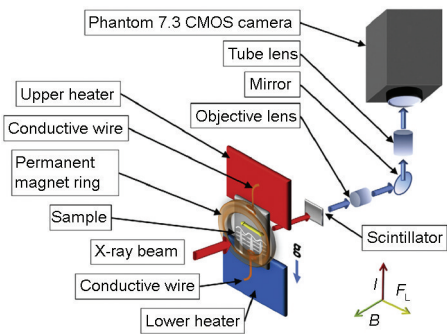


图 1 同步辐射实验平台构建示意图

Fig.1 Schematic of the sample arrangement and experimental set-up (I —electric field, F_L —Lorentz force, B —magnetic field)

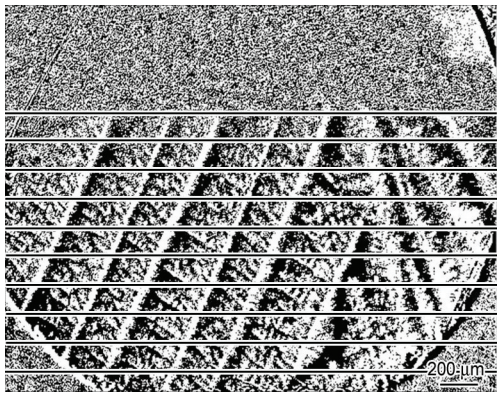


图 2 糊状区固相率测量

Fig.2 Measurement of mushy zone solid fractions for different depth areas

表 1 实验条件分组

Table 1 Grouping of experiment conditions

Group No.	Growth direction	Lorentz force / mN	Number of replication
A	Bottom to top	—	16
B		0.3	10
C		—	10
D	Top to bottom	0.3	5
E		0.9	7

值后得到由若干点组成的速度曲线。

2 实验结果

2.1 枝晶破碎随实验条件的变化

根据表1的分组, 绘制全部实验枝晶破碎随时间的变化曲线, 温度曲线稳定后开始计时计数, 如

图4a所示. 对每组实验进行线性拟合, 得到5条平均变化曲线, 如图4b所示.

由于各组实验的有效录像时间不同, 本工作主要比较枝晶破碎产生的速率, 即曲线斜率. 由图4可见, B组的枝晶破碎总数和速率均高于其他组, E组

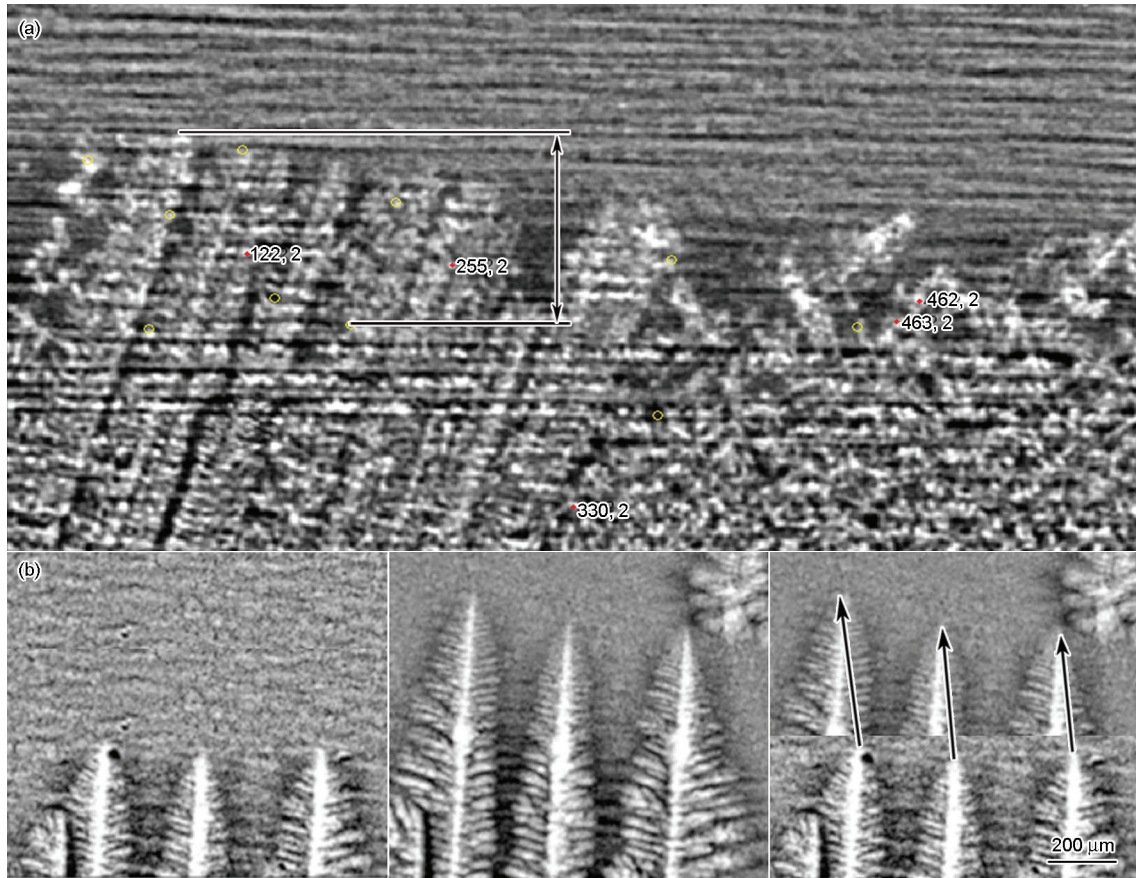
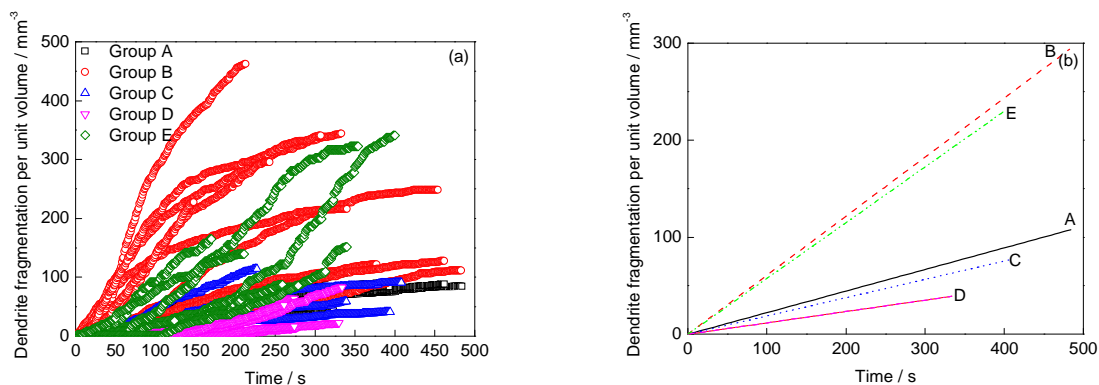


图3 破碎枝晶所处糊状区的深度及枝晶生长速度测量示意图

Fig.3 Schematic of the quantification methods for the experimental images (Arrows in Fig.3b show the growth direction of dendrite)

(a) measurement and definition of mushy zone depth for one fragment

(b) measurement of tips velocity for three primary dendrite arms



Color online

图4 不同实验条件下枝晶破碎数随时间累积变化及线性拟合

Fig.4 Time cumulative dendrites fragmentation for 5 groups with different conditions as continuous curves (a) and fitting curves (b)

次之, A 组略高于 C 组, C 组略高于 D 组. 若将 C 组中与整体差异较大的最大序列和 D 组中与整体差异较大的最小序列去除, 则 C、A 和 D 组结果基本近似. 结合实验条件可知: (1) 从底部生长的枝晶在电磁场作用下能产生最多的枝晶破碎, 比生长方向相同不加电磁场的结果多出数倍; 从顶部生长的枝晶在较强的电磁场作用下也能产生大量枝晶破碎, 比生长方向相同但电磁场较弱或不加电磁场的结果多出数倍; 由此可见电磁场的加入能促进枝晶破碎的产生. (2) 尽管 B 组电磁场弱于 E 组, 但其枝晶破碎总数仍多于 E 组; 由此可见, 在有电磁场的情况下, 逆重力方向生长能获得更多的枝晶破碎. (3) 尽管 A 组沿逆重力方向生长, 但与沿重力方向生长的 C 组结果接近; 尽管 D 组加了电磁场, 但与未加电磁

场的 C 组结果接近; 由此可见, 在枝晶破碎难以产生的环境下, 生长方向和电磁场条件对枝晶破碎的影响不明显, 也不独立, 是两者综合作用的结果.

2.2 枝晶破碎沿糊状区深度的分布

测量所有枝晶破碎产生瞬间在糊状区内的深度, 将表 1 中的 D 和 E 组合并, 分别将每组相同深度范围内的枝晶破碎数累加. 由于各组总数不同且已经在前文中比较过, 为了统一条件, 将累加结果除以每组内累加最大值后绘制枝晶破碎数沿糊状区深度分布的归一化直方图, 如图 5 所示. 由图可见, 几乎各组的分布都呈中间多两边少的形式. 对 4 组结果进行 Gauss 分布拟合^[18], 其中第 4 组采用双峰 Gauss 拟合, 拟合结果如表 2 所示.

结合实验条件可知: (1) 在糊状区最深处, 4 组

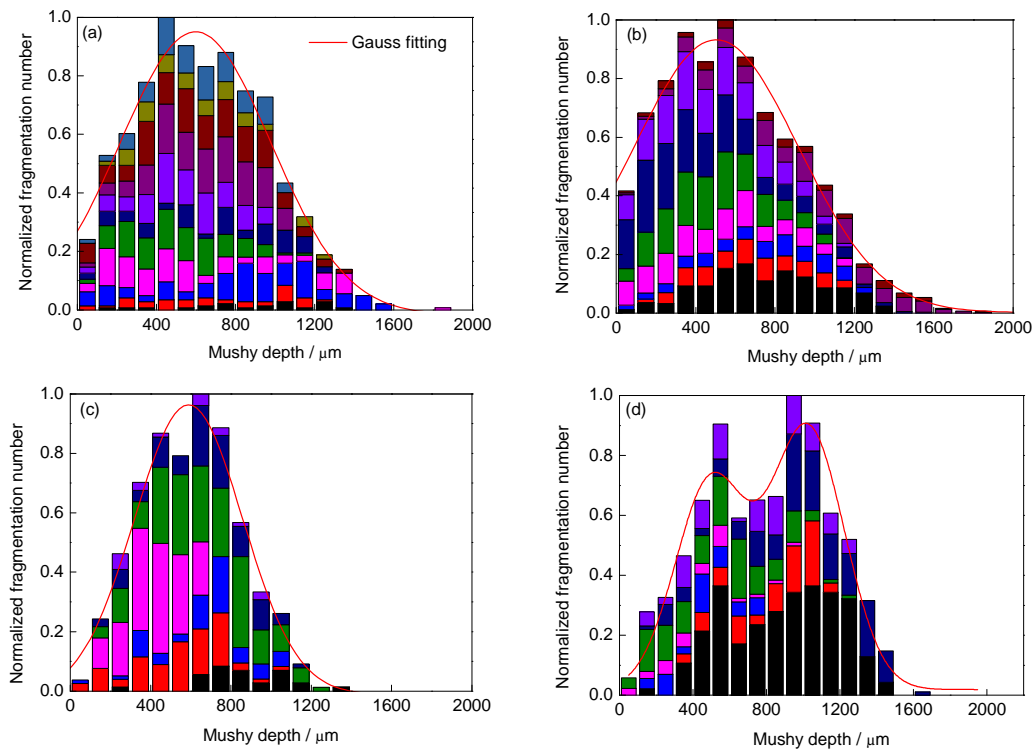


图 5 枝晶破碎随糊状区深度的分布直方图

Fig.5 Histograms of fragment distribution for groups A (a), B (b), C (c) and D+E (d) within the mushy zone as a function of depth

表 2 枝晶破碎的 Gauss 分布拟合结果
Table 2 Results of Gauss fitting for dendrites fragmentation distribution

Group No.	Expected value / μm	Standard deviation / μm	R^2
A	587	530	0.9818
B	504	588	0.9836
C	619	414	0.9715
D(E)	483(1005)	279(298)	0.9786

都只有很少的枝晶破碎分布,但在糊状区深度最小,也就是靠近晶尖处,逆重力方向生长的两组也有一定量的枝晶破碎分布,而沿重力方向生长的两组在晶尖处几乎无分布。(2)从拟合的 R^2 值可见,4组结果对于Gauss分布较为匹配。(3)对比期望值后可以发现,无论沿哪个方向生长,在加入电磁场后期期望值均减小,即枝晶破碎的分布有整体向晶尖移动的趋势,其中沿重力方向生长的枝晶破碎同时具有向更浅及更深处移动的趋势(形成双峰)。

2.3 枝晶破碎随糊状区固相率的分布

统计糊状区每一块划分区域内枝晶破碎数,该区域测得的糊状区固相率,经过同样的组内累加与归一化后绘制枝晶破碎数随糊状区固相率分布的直方图,如图6所示。可见,枝晶破碎随固相率的分布也是呈中间多两边少的趋势,且数值较为统一:A、B、C和D+E组的枝晶破碎峰值分别出现在固相率为0.5、0.45、0.35和0.45附近,取平均值后可得枝晶破碎数在固相率0.45左右时分布最多。结合实验条件可知,加入电磁场后,枝晶破碎分布的趋中性更强,在固相率0.4~0.5范围内分布更多,峰值与其他值之间差异更大。

2.4 枝晶破碎随枝晶生长速度的变化

由于计算枝晶生长速度时所测量的是枝晶主

干,因此对应的枝晶破碎也是一次枝晶臂的破碎。在A组中取5个主干枝晶生长完整的实验,仅统计主干断裂数,绘制断裂数随时间变化。由于5个实验的图像大小相同,观测区域体积也相同,可不用单位体积化,直接比较累计断裂数,如图7a所示。测量5个实验主干平均生长速度,绘制速度随时间变化的折线图,如图7b所示。

由图7a可见,实验1结果斜率最大,产生断裂的速率最高(后期由于升温液化所以总数没有上升);实验5和1的斜率极为接近,仅在后期略有下降;实验2和3斜率较小,实验4斜率最小,产生的断裂最慢最少。由图7b可见,实验1初期具有最高的速度且曲线整体位置高,5次之,2和3曲线高度接近且略低,4的曲线位置最低。速度曲线根据时间可分为2部分:前期高速阶段和后期慢速阶段,根据图7a作用时间可知,前期高速阶段发生主干断裂较明显。

将图7a中生长初期(曲线形成平台前)断裂曲线进行线性拟合得到曲线近似斜率,将图7b的每个实验中大于平均值的速度认为是高速阶段速度,对该阶段再取平均值得到高速阶段平均速度,结果如表3所示。由表3可见,两项参数很好的对应了 $1>5>2>3>4$ 的顺序。结合实验条件可知,在枝晶主干生长初期,生长速度越快,主干越容易断裂。

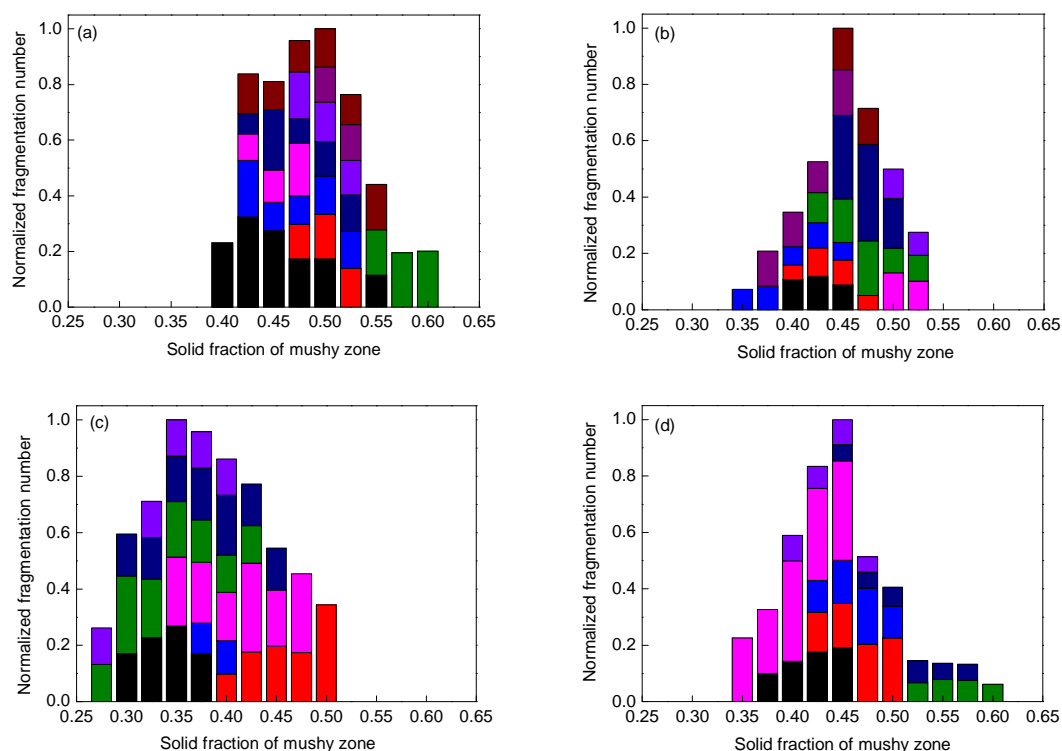
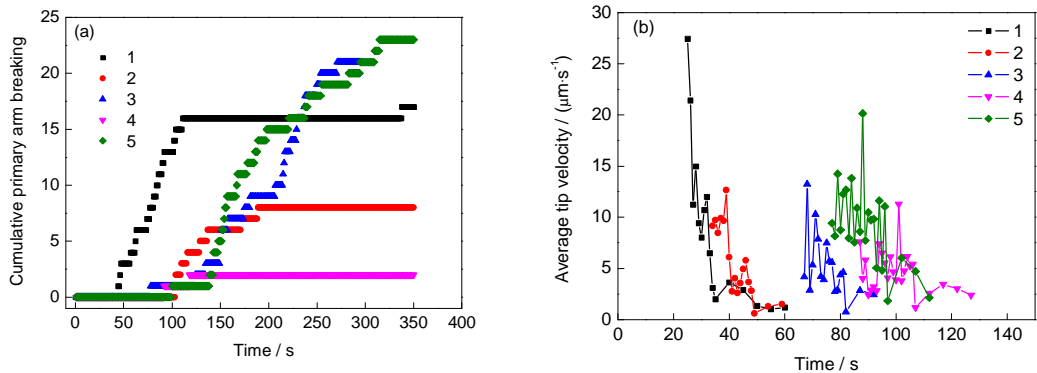


图6 枝晶破碎随糊状区固相率的分布直方图

Fig.6 Histograms of fragment distribution for groups A (a), B (b), C (c) and D+E (d) within the mushy zone as a function of solid fraction



Color online

图 7 枝晶主干断裂数与枝晶主干生长速度对比

Fig.7 Comparison of primary dendrites breaking and their tip velocities

(a) cumulative primary dendrites breaking for 5 experiments

(b) average tip velocity of primary arms growth for 5 experiments

表 3 生长速度与主干断裂的关系

Table 3 Relationship between tip velocity and primary dendrites breaking

No.	Approximate slope of curves in Fig.7a	Average tip velocity in Fig.7b / ($\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$)
1	0.1954	15.3167
2	0.1079	8.9249
3	0.0534	7.9262
4	0.0342	6.3794
5	0.1153	12.1784

3 分析与讨论

以上量化后的各种现象可以从影响枝晶破碎的 3 个方面进行讨论与解释. (1) 溶质富集: 以往研究^[4,10]表明, 适量的溶质富集会造枝晶与枝晶臂连接处的重熔, 从而促进枝晶破碎. 本实验中由于重力作用, 溶质会向底部沉积, 因此从底部开始生长的枝晶有机会接触到这些溶质, 导致枝晶破碎; 而从顶部开始生长的枝晶则没有机会接触沉积的溶质, 这与观测到的逆重力方向生长枝晶破碎数多于沿重力方向生长的结果相一致. 也正因此如此会产生逆重力方向生长的破碎枝晶在靠近晶尖处有一定量的分布, 而沿重力方向生长的破碎枝晶在晶尖处几乎无分布的现象. (2) 外界影响: 枝晶间液相的流动会冲击、卷动枝晶, 促进枝晶破碎; 而施加脉冲电磁场产生正反 Lorentz 力则会强化液相对流^[19-21], 这与观测到的加入电磁场后枝晶破碎增多相一致. 同时, 晶尖处相对于糊状区底部, 固相较少而液相较多, 加入电磁场后的促进破碎作用会更为明显, 因此会产生加入电磁场后枝晶破碎的分布整体向晶尖移动的现象. (3) 断裂机理: 根据缩颈的枝晶断

裂机理, 枝晶与晶臂连接处表面积越大, 则生成内凹曲率的概率越大, 连接处越细, 越容易断裂. 通过对枝晶生长的模拟可以发现, 枝晶主干生长速度越快, 主干越细^[22,23], 根据断裂机理应更容易断裂, 与前文所述主干生长速度越快断裂速率越高的结果相一致. 结合前文中在枝晶破碎难以产生的环境下生长方向和电磁场的作用不明显的现象不难推测, 枝晶生长速度决定了枝晶与晶臂连接处的粗细, 从而决定了产生断裂破碎的难易程度. 若存在较多的脆弱连接处, 则逆重力方向生长或加入电磁场能更好地促进枝晶的断裂; 反之若本身易断裂的连接处不多, 那么即使逆重力方向生长或加入电磁场能起到的作用也有限.

对于枝晶破碎随固相率的分布结果, 溶质富集效果可以用溶质浓度来体现, 根据 Scheil 方程, Al-Cu 合金溶质浓度随固相率增加而增加. 液相在枝晶间的流动可以用渗透率来表达, 根据 Blake-Kozeny 方程^[24,25], 渗透率随着固相率的增加而减少. 以上 2 个外界诱因随固相率变化趋势相反, 两者互相掣肘, 唯有 2 条趋势曲线相交处方能使两者发挥最大

作用, 而该相交处则落于固相率 0.4~0.6 之间, 这与实验观测到的固相率 0.45 左右的枝晶破碎分布最多基本一致。

4 结论

当枝晶破碎较多时, 加入脉冲电磁场以及让枝晶从下向上生长能促进枝晶破碎的产生; 但当枝晶破碎较少时, 两者的促进作用不明显。枝晶破碎总数沿着糊状区深度呈 Gauss 分布, 枝晶破碎随糊状区固相率近似于 Gauss 分布, 平均峰值出现在固相率 0.45 处。枝晶主干生长速度越快, 枝晶破碎越多。在影响枝晶破碎的原因中, 枝晶与枝晶臂连接处缩颈起决定作用, 溶质富积和晶间液相流动起促进作用。

参考文献

- [1] Jie W Q, Zhou Y H. *J Northwest Polytech Univ*, 1988; 6(1): 29
(介万奇, 周尧和. 西北工业大学学报, 1988; 6(1): 29)
- [2] Grange G, Gastaldi J, Jourdan C, Billia B. *J Cryst Growth*, 1995; 151: 192
- [3] Mathiesen R H, Arnberg L, Ramsoskar K, Weitkamp T, Rau C, Snigirev A. *Metall Mater Trans*, 2002; 33B: 613
- [4] Mathiesen R H, Arnberg L. *Mater Sci Eng*, 2005; A413: 283
- [5] Mathiesen R H, Arnberg L, Bleuet P, Somogyi A. *Metall Mater Trans*, 2006; 37A: 2515
- [6] Limodin N, Salvo L, Suery M, DiMichiel M. *Acta Mater*, 2007; 55: 3177
- [7] Campanella T, Charbon C, Rappaz M. *Metall Mater Trans*, 2004; 35A: 3201
- [8] Li M J, Tamura T, Omura N, Miwa K. *J Alloys Compd*, 2010; 494: 116
- [9] Wang T M, Zhu J, Chen Z N, Xu J J. *Sci Sin Phy, Mech Astron*, 2011; 41: 23
(王同敏, 朱晶, 陈宗宁, 许菁菁. 中国科学: 物理学 力学 天文学, 2011; 41: 23)
- [10] Liotti E, Liu A, Vincent R, Kumar S, Guo Z, Connolley T, Dolbnya I P, Hart M, Arnberg L, Mathiesen R H, Grant P S. *Acta Mater*, 2014; 70: 228
- [11] Shu D, Sun B D, Mi J W, Grant P S. *Phys Metall Mater Sci*, 2012; 43A: 3755
- [12] Mapelli C, Gruttadauria A, Peroni M. *J Mater Process Technol*, 2010; 210: 306
- [13] Ruvalcaba D, Mathiesen R H, Eskin D G, Arnberg L, Katgerman L. *Acta Mater*, 2007; 55: 4287
- [14] Pataric A, Mihailovic M, Gulisija Z. *J Mater Sci*, 2012; 47: 793
- [15] Liu S, Lu S Z, Hellawell A. *J Cryst Growth*, 2002; 234: 740
- [16] Yasuda H, Ohnaka I, Kawasaki K, Sugiyama A, Ohmichi T, Iwane J, Umetani K. *J Cryst Growth*, 2004; 262: 645
- [17] Stransky K, Kavicka F, Sekanina B, Stetina J, Gontarev V, Dobrovska J. *Mater Technol*, 2011; 45: 163
- [18] Arnberg L, Mathiesen R H. *JOM*, 2007; 59(8): 20
- [19] Ananiev S, Nikrityuk P, Eckert K. *Acta Mater*, 2009; 57: 657
- [20] Schenk T, Thi H N, Gastaldi J, Reinhart G, Cristiglio V, Mangelinck-Noel N, Klein H, Hartwig J, Grushko B, Billia B. *J Cryst Growth*, 2005; 275: 201
- [21] Zhu J, Wang T M, Chen Z N, Xu J J, Xie H L, Xiao T Q, Li T J. In: Ludwig A ed., *IOP Conf Ser: Mater Sci Eng*, 2012; 33: paper No.012039
- [22] Guo Z, Mi J, Xiong S M, Grant P S. *J Comput Phys*, 2014; 257: 278
- [23] Rack A, Weitkamp T, Riotte M, Grigoriev D, Rack T, Helfen L, Baumbach T, Dietsch R, Holz T, Kramer M, Siewert F, Meduna M, Cloetens P, Ziegler E. *J Synchrotron Radiat*, 2010; 17: 496
- [24] Puncreobutr C, Phillion A B, Fife J L, Lee P D. *Acta Mater*, 2014; 64: 316
- [25] Nielsen O, Arnberg L, Mo A, Thevik H. *Metall Mater Trans*, 1999; 30A: 2455

(责任编辑:肖素红)